

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

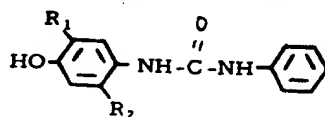
- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

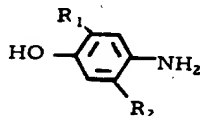
As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.

This Page Blank (uspto)

2569/69 Light stabilisers for polyolefins are carbanilide cpds. of formula:-



(where R_1 and R_2 are lower alkyl). They are prepd. by the reaction of an aminophenol of the formula:-



with phenylisocyanate. The stabiliser is compatible with the polyolefin, does not sublime and has excellent light stabilising effect when used in an amt. of 0.01-2.0 wt.% based on polyolefin. 9.4.66 (Non-Con) as 22390/66 SANKYO CO., LTD & ASAHI CHEM. IND. CO., LTD. (3.2.69)

This Page Blank (uspto)

55388
564
52

25	H	31
(25	H	05)
(13	C	11)
(16	C	781.1)

JAPAN GROUP GLASS

120 126

ポリオレフィン用耐光安定剤

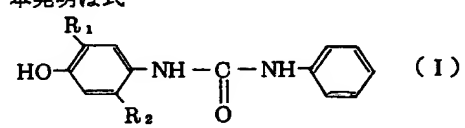
特 許 庁
特 許 公 報

特許出願公告
昭 44-2569
公告 昭 44. 2. 9
(全 2 頁)

特 願 昭 41-22390
出 願 日 昭 41. 4. 9
発 明 者 村山圭介
東京都品川区広町1の2の58
三共株式会社中央研究所内
同 森村正治
同 所
同 吉岡孝雄
同 所
同 北岡惇
延岡市旭町5の1021
同 赤木三郎
東京都品川区広町1の2の58
三共株式会社生産技術研究所内
同 車田知之
同 所
同 渡辺一郎
同 所
出 願 人 三共株式会社
東京都中央区日本橋本町3の1の6
代 表 者 鈴木万平
出 願 人 旭化成工業株式会社
大阪市北区堂島浜通1の25の1
代 表 者 宮崎輝
代 理 人 弁理士 樫出庄治

発明の詳細な説明

本発明は式



を有するカルバニリド化合物よりなるポリオレフィン用耐光安定剤に関するものである。

上記式中R₁およびR₂は同一または異なりてメチル、エチル、プロピル、ブチル若しくは第三級ブチルのような低級アルキル基を示す。

従来これらに類似したポリオレフィン用安定剤として3, 5-ジ第三級ブチル-4-ヒドロキシ

チオカルバニリドおよび1, 3-ジ-α-ナフチルチオ尿素が特公昭40-13263および同36-12789に記載されている。

しかしながらこれらのポリオレフィンに対する耐熱および耐光の効力はあまり強くないという欠点を有している。

本発明者等はポリオレフィンを汚染せずしかもポリオレフィンに対して優れた耐光効果を有する化合物を鋭意研究した結果、前記式(I)を有する化合物が特に優れた耐光安定作用を有することを知り本発明を完成した。

本発明は前記式(I)を有するカルバニリド化合物よりなることを特徴とするポリオレフィン用耐光安定剤である。

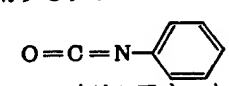
本耐光安定剤は非昇華性であり、ポリオレフィンに対する相溶性もよく非汚染性でしかも優れた耐光安定作用を有するものである。

本発明のポリオレフィンとは高圧、低圧ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレンおよびその他のポリオレフィン類或はオレフィン共重合体であり、上記式(I)の化合物を該ポリオレフィンに使用せらる。本耐光安定剤は常法に従つて上記重合体に添加される。その際の耐光安定剤の量は上記重合体の約0.01乃至2%(重量)である。

本発明において使用される前記式(I)を有する化合物は新規化合物であつて式



(式中R₁およびR₂は前述したものと同一である。)を有するアミノフェノール化合物を式



を有するフェニルイソシアネートと無水の条件下不活性溶媒の存在下で反応させることによつて得られる。

上記製法を更に具体的に説明するために以下に製造例を示す。

製造例

2-メチル-4-ヒドロキシ-5-第三級ブチルカルバニリドの製造

3-メチル-4-アミノ-6-第三級ブチル

CD

エノール4.0gおよびベンゼン50mlの溶液に室温で攪拌下イソシアン酸フェニル2.7gを滴下し滴下終了後室温で3時間、続いて50~60℃で5時間加温攪拌する。反応後析出した結晶を濾取し、母液を濃縮して得られる結晶と合わせてベンゼン:アセトン(5:1)の混合溶媒より再結晶すると、融点209~210℃の白色結晶として所望の生成物4.8g(収率71.8%)が得られる。

分析値

$C_{15}H_{22}O_2N_2$ に対する

計算値, C; 72.45, H; 7.43, N; 9.39

実験値, C; 72.64, H; 7.50, N; 9.26

次に本耐光安定剤がポリオレフィンに対して顕著な耐光安定効果を付与することを示す試験例を挙げる。尚試験例中の部は全て重量部である。

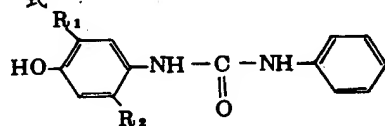
試験例

ポリプロピレン100部に2-メチル-4-ヒドロキシ-5-第三級ブチルカルバニリド0.25部を熔融混合し、0.5mmの厚さのシートに加熱加圧成型する。このものをJIS-L-1044-3-8に規定された耐光試験機中に入れ、45℃で紫外線を照射し、脆化するまでの時間を測定した結果は次の通りである。尚対照として公知のポリオレフィン用耐光安定剤である2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフエニル)ベンゾトリアゾール、2,2'-ジヒドロキシ-3,3'-ジ第三級ブチル-5,5'-ジメチルジフェニルメタン、3,5-ジ第三級ブチル-4-ヒドロキシチオカルバニリドおよび1,3-ジ- α -ナフチルチオ尿素を同量使用して同様の方法で試験した結果を併記する。

添加した耐光安定剤	脆化時間 (時間)
2-メチル-4-ヒドロキシ-5-第三級 ブチルカルバニリド	200
2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフ エニル)ベンゾトリアゾール	80
2,2'-ジヒドロキシ-3,3'-ジ第 三級ブチル-5,5'-ジメチルジフェ ニルメタン	100
3,5-ジ第三級ブチル-4-ヒドロキシ チオカルバニリド	60
1,3-ジ- α -ナフチルチオ尿素	60
な し	60

特許請求の範囲

1 式



(式中 R_1 および R_2 は同一または異なりて低級アルキル基を示す。)を有するカルバニリド化合物よりなることを特徴とするポリオレフィン用耐光安定剤。